

510,070

(12) МЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ С
ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(19) ВСЕМИРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
Международное бюро



Rec'd PCT/PTO 29 SEP 2004



(43) Дата международной публикации:
9 октября 2003 (09.10.2003)

(10) Номер международной публикации:
WO 03/083188 A1

(51) Международная патентная классификация⁷:
C30B 15/14

I INFORMATSIИ «VASHA INTELLEK-
TUALNAYA SOBSTVENNOST» TRIPOSHINA,
Natalya, Moscow (RU)].

(21) Номер международной заявки: PCT/RU03/00116

(22) Дата международной подачи:
26 марта 2003 (26.03.2003)

(25) Язык подачи: русский

(26) Язык публикации: русский

(30) Данные о приоритете:
2002108066 2 апреля 2002 (02.04.2002) RU

(71) Заявитель и

(72) Изобретатель: КОСТИН Владимир Владимирович
[RU/RU]; 119121 Москва, Саввинская наб., д. 3, кв.
82 (RU) [KOSTIN, Vladimir Vladimirovich, Mos-
cow (RU)].

(74) Агент: ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕ-
СТВО АГЕНТСТВО ПО ПАТЕНТАМ И
ИНФОРМАЦИИ «ВАША ИНТЕЛЛЕКТУ-
АЛЬНАЯ СОБСТВЕННОСТЬ» МОСКОВ-
СКОЙ ТОРГОВО-ПРОМЫШЛЕННОЙ ПА-
ЛАТЫ, ТРИПОШИНА Наталья; 121609 Мос-
ква, Осенний бульвар, д.11, 609 отделение связи,
"ВИС" (RU) [ZAKRYTOE AKTSIONERNOE
OBSHCHESTVO AGENTSTVO PO PATENTAM

(81) Указанные государства (национально): AE, AG,
AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ,
CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ,
EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID,
IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR,
LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,
UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Указанные государства (регионально): ARIPO па-
тент (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), евразийский патент (AM, AZ, BY,
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), европейский патент
(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR,
GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI,
SK, TR), патент OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

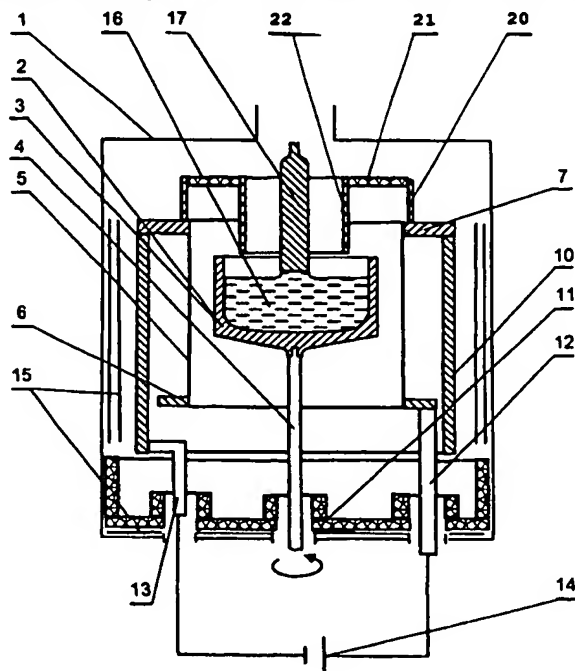
Опубликована

С отчётом о международном поиске.

В отношении двухбуквенных кодов, кодов языков и дру-
гих сокращений см. «Пояснения к кодам и сокращениям»,
публикуемые в начале каждого очередного выпуска Бюл-
летеня РСТ.

(54) Title: DEVICE FOR PULLING MONOCRYSTALS

(54) Название изобретения: УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВЫТЯГИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ



(57) **Abstract:** The inventive device comprises a crucible provided with a holder, a heater and, at least one heat-insulation screen. Said heater is made of basic flexible carbon-bearing material in the form of a cylinder whose ends are fixed between rigid rings which are made of carbon material, coaxially arranged and connected to a power supply. The thickness of the wall of the heater is defined from the following equation: $\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ J/m}^2 \cdot \text{K}$, wherein: δ - the thickness of the wall of the heater, m; ρ - density of the heater material, kg/m³; c specific heat capacity of the heater material (at an operational temperature), J/kg · K.

[Продолжение на след. странице]



WO 03/083188 A1



(57) Реферат: Устройство содержит тигель с подставкой, нагреватель и, по меньшей мере, один теплоизолирующий экран, причем, согласно изобретению, нагреватель выполнен из исходного гибкого углерод-содержащего материала в виде цилиндра, торцы которого закреплены между коаксиально расположенными жесткими кольцами из углеродного материала, подсоединенными к источнику тока. При этом нагреватель выполнен с толщиной стенки, определяемой из соотношения:

$$\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}, \text{ где:}$$

δ - толщина стенки нагревателя, м; ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м^3 ; c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), $\text{Дж/кг} \cdot \text{К}$.

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВЫТЯГИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ

(i) Область техники

Предполагаемое изобретение относится к области металлургии полупроводников и может быть использовано при выращивании монокристаллов кремния, германия и соединений группы $A^{III}B^V$ методом Чохральского.

(ii) Предшествующий уровень техники

Известны устройства для выращивания монокристаллов, содержащие установленный в подставке тигель для расплава, вокруг которого размещены нагреватель с токоподводами и система теплоизоляции, причем подставка, нагреватель и система теплоизоляции выполнены из углеродных материалов [Патент РФ № 2081948, С 30В 15/14, опубл. 20.06.97.; Патент РФ № 2097451, С 30В 15/14, опубл. 27.11.97].

При вытягивании монокристаллов с использованием этих устройств применяют нагреватель с вертикальными прорезями. Такой нагреватель имеет большую массу, что увеличивает тепловые потери и приводит к существенной инерционности по отношению к нагреву и охлаждению, а это в свою очередь ухудшает управление процессом. Наличие щелей и неравномерное протекание тока по различным участкам нагревателя приводит к возникновению нарушений симметричности теплового поля, создаваемого нагревателем, и к ухудшению по этой причине качества получаемых монокристаллов.

Непосредственное взаимодействие паров SiO из атмосферы камеры выращивания с нагретыми углеродсодержащими деталями теплового

узла приводит к загрязнению растущего кристалла углеродом, что также ухудшает его качество.

Наиболее близким к заявляемому устройству является устройство для вытягивания монокристаллов, содержащее тигель с под-
5 ставкой, нагреватель и экран, имеющий основу из прессованного графита, верхняя часть которой покрыта слоем пироуглерода [Заявка Японии № 10-291896, С 30В 29/06, опубл. 04.11.98 г.]. Такой экран обеспечивает стабильность поддержания температуры внутри тигля (препятствует падению температуры). Однако, здесь также использу-
10 ется обычный нагреватель с прорезями, имеющий указанные выше недостатки.

(iii) Раскрытие изобретения

Настоящее изобретение направлено на решение технической задачи, состоящей в значительном снижении массы нагревателя, что
15 позволяет существенно уменьшить расход электроэнергии. Кроме того, обеспечивается снижение инерционности нагревателя, что облегчает управление процессом. За счет повышения симметричности теплового поля, создаваемого нагревателем, наблюдается повышение структурного совершенства вытягиваемых монокристаллов.
20 При этом выращенные монокристаллы имеют пониженное содержание углерода (на уровне лучших аналогов). В некоторых вариантах устройства можно отказаться от использования одноразовых кварцевых тиглей и за счет этого снизить себестоимость готовой продукции. Кроме того, здесь имеется возможность вытягивать монокри-
25 сталлы с пониженным содержанием кислорода (аналогичные кристаллам, выращенным методом бестигельной зонной плавки), что позволяет в дальнейшем использовать метод нейтронного легирования для получения слитков с малым разбросом удельного электрического

сопротивления по торцу и объему. При этом, по сравнению с бестигельной зонной плавкой, кристаллы могут быть большего диаметра, а готовая продукция получается значительно более дешевой.

5 Конструкция *устройства для вытягивания монокристаллов*, обеспечивающая достижение указанной выше технической задачи во всех случаях, на которые распространяется объем испрашиваемый правовой охраны, может быть охарактеризована следующей совокупностью признаков.

10 *Устройство для вытягивания монокристаллов* содержит тигель с подставкой, нагреватель и, по меньшей мере, один теплоизолирующий экран. При этом, *согласно изобретению*, нагреватель выполнен из исходного гибкого углеродсодержащего материала в виде цилиндра, торцы которого закреплены между коаксиально расположенными жесткими кольцами из углеродного материала, подсоединенными к источнику тока. При этом нагреватель выполнен с толщиной стенки, определяемой из соотношения:

$$\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}, \text{ где:}$$

δ - толщина стенки нагревателя, м;

20 ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м³;

c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), Дж/кг.К.

Кольца из углеродного материала могут быть подсоединены к источнику тока через теплоизолирующие экраны.

25 На поверхности нагревателя с внутренней и/или с внешней стороны может быть расположен слой нитрида кремния.

Кроме того, тигель или подставка могут быть выполнены из нитрида кремния.

Тигель и подставка устройства могут быть выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое.

Углеродсодержащий материал нагревателя может быть дополнительно уплотнен пироуглеродом и/или карбидом кремния.

- 5 Устройство может дополнительно содержать теплоизолятор из ткани и/или войлока, изготовленных из кремнеземного или кварцевого волокна.

Сущность предлагаемого технического решения заключается в том, что нагреватель из гибкого углеродсодержащего материала представляет собой сплошной (без щелей) тонкостенный цилиндр, а кольца из углеродного материала жестко удерживают его форму и препятствуют образованию складок на этом материале. Масса такого нагревателя на порядки меньше, чем в известных аналогах, благодаря чему существенно снижается расход электроэнергии, поскольку нагреву до максимальных температур подвергается значительно меньшая масса нагревателя и в нем отсутствуют щели. Нагреватель имеет меньшую инерционность при нагреве и охлаждении. Благодаря этому улучшается управление процессом. Кроме того, из-за отсутствия щелей в нагревателе улучшается симметричность создаваемого им теплового поля. Значительно снижается загрязнение кристалла углеродом в процессе его выращивания за счет наличия слоя из инертного материала - нитрида кремния, изолирующего внутреннюю и/или внешнюю поверхность нагревателя из углеродсодержащего материала от взаимодействия с атмосферой камеры выращивания, содержащей пары SiO. Этот слой также препятствует разрушению нагревателя и увеличивает срок его службы. Защитный слой из нитрида кремния может быть нанесен непосредственно на внутреннюю и/или внешнюю поверхность нагревателя. Также возможно изготовление

10

15

20

25

тонкостенного цилиндра из нитрида кремния, который помещают в нагреватель вплотную к его внутренней поверхности.

Инерционность нагревателя характеризуется величиной $\delta \cdot \rho \cdot c$, где: δ - толщина стенки нагревателя, м; ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м^3 ; c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), $\text{Дж/кг}\cdot\text{К}$. Оптимальные условия характеризуются соотношением $\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2\cdot\text{К}$, которое получено, исходя из следующих соображений:

При протекании электрического тока на нагревателе выделяется тепловая мощность, равная $P = q F$, где: P - тепловая мощность, Вт; F - площадь нагревателя (точнее того его участка, на котором выделяется основное количество энергии), м^2 ; q - суммарная плотность теплового потока, состоящего из двух частей: тепла, выделяемого в результате протекания электрического тока, и тепла, рассеиваемого в результате теплообмена с окружающей средой, Вт/м^2 .

За время dt в нагревателе аккумулируется количество теплоты, равное $dQ = P \cdot dt$, где dt - интервал времени, с; dQ - изменение аккумулированного нагревателем тепла, Дж.

Известно, что $dQ = m \cdot c \cdot dT$, где: m - масса нагревателя, кг; c - удельная теплоемкость материала нагревателя, $\text{Дж/кг}\cdot\text{К}$; dT - интервал изменения температуры нагревателя, К [Политехнический словарь под редакцией И.И.Ароболевского, М., Советская энциклопедия, 1979 г., стр. 492].

Таким образом, можно записать:

$P \cdot dt = m \cdot c \cdot dT$ или $dt = m \cdot c \cdot dT / F \cdot q$, но $m = \rho \cdot V$, где V - объем нагревателя, м^3 .

Поскольку $V = F \cdot \delta$, то $d\tau = \delta \cdot \rho \cdot c \cdot dT / q$ или $\tau = \delta \cdot \rho \cdot c \cdot \int_{T_1}^{T_2} dT / q$,

где τ - время, за которое температура нагревателя изменяется от T_1 до T_2 при суммарной плотности теплового потока, равной q .

5 Величина $\delta \cdot \rho \cdot c$ эквивалентна величине $m \cdot c / F$.

Сравнение инерционности различных нагревателей производится по значению τ .

При одинаковой разности температур и одинаковых плотностях потока тепла, т.е. одинаковых значениях интеграла, время определяется значением произведения $\delta \cdot \rho \cdot c$ (или $m \cdot c / F$). Чем меньше τ , тем менее инерционным является нагреватель. Соотношение $\delta \cdot \rho \cdot c$ (или $m \cdot c / F$) связывает теплофизические свойства материала, из которого изготовлен нагреватель, и его размеры.

15 Если величина произведения толщины стенки нагревателя на удельную теплоемкость и плотность материала, из которого он изготовлен, будет меньше $500 \text{ Дж} / \text{м}^2 \cdot \text{К}$, то срок службы нагревателя будет недостаточным и составит примерно пять процессов, что недопустимо при работе в промышленных условиях.

20 Если величина произведения $\delta \cdot \rho \cdot c$ будет больше $8500 \text{ Дж} / \text{м}^2 \cdot \text{К}$, то расход гибкого углеродсодержащего материала неоправданно возрастет, а срок службы нагревателя увеличиваться не будет. Инерционность нагревателя в этом случае также будет излишне высокой. Кроме того, здесь возникают сложности, связанные с согласованием слишком малого электрического сопротивления нагревателя (нагрузки) с источником силового питания.

В предложенном устройстве кольца из углеродного материала нагревателя соединены с источником тока непосредственно (через токоподводы) и/или через теплоизолирующие экраны. В последнем

случае экран одновременно с теплоизолирующей функцией, выполняет также роль токоподвода, что позволяет более симметрично подвести электрический ток к нагревателю и улучшить технологичность устройства.

- 5 Покрытие внутренней и/или внешней поверхности нагревателя нитридом кремния, а также изготовление подставки и тигля из нитрида кремния увеличивает срок службы соответствующих конструктивных элементов, а также позволяет устранить загрязнение расплава и растущего кристалла атомами углерода, поступающими с их
10 поверхностей из-за химического взаимодействия с парами SiO .

- Применение варианта устройства, в котором тигель и подставка под тигель выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое, дает возможность отказаться от использования одноразового кварцевого тигля, что приводит к существенной экономии,
15 особенно при выращивании кристаллов из больших (более 45 кг) грузовок и тиглей большого диаметра. В таком устройстве, благодаря отсутствию контакта расплава с кварцем (SiO_2) и, следовательно, поступления кислорода из тигля в расплав, можно вытягивать монокристаллы кремния с пониженным содержанием не только углерода,
20 но и кислорода. Эти слитки аналогичны кристаллам, выращенным методом бестигельной зонной плавки. В дальнейшем их можно легировать нейтронами в атомном реакторе, получая значительно более дешевую продукцию, чем в случае использования кристаллов после бестигельной зонной плавки. Кроме того, методом Чохральского
25 можно изготавливать кристаллы значительно большего диаметра. В отличие от монокристаллов кремния, выращенных обычным методом Чохральского из кварцевого тигля, здесь, из-за низкого содержания кислорода, после нейтронного легирования не возникает чрез-

мерно много радиационных дефектов, и поэтому готовую продукцию можно использовать в электротехнике и электронике. В тоже время, здесь сохраняются все преимущества метода нейтронного легирования (равномерное распределение удельного электрического сопротивления по объему слитка).

Дополнительное уплотнение нагревателя различными материалами увеличивает срок его службы. При этом материал нагревателя становится более жестким.

Срок службы нагревателя увеличивается за счет того, что при уплотнении пироуглеродом уменьшается термохимическая коррозия поверхности.

Карбид кремния также увеличивает срок службы нагревателя, замедляя процесс термохимической коррозии. Кроме того, в случае нанесения слоя нитрида кремния образуется промежуточный слой, который улучшает адгезию наносимого слоя нитрида кремния и уменьшает его разрушение, вызываемое различием коэффициентов термического расширения нитрида кремния и углеродсодержащего материала нагревателя.

Ткань и войлок, изготовленные из кремнеземного или кварцевого волокна, при их размещении на нагревателе и/или экранах, создают дополнительную тепловую изоляцию. В тоже время они не загрязняют растущий кристалл углеродом. Ткань размещается таким образом, чтобы соседние слои не прилегали непосредственно друг к другу, и между ними существовал промежуток от 2 до 5 мм, так как это увеличивает теплоизоляционные свойства экранировки при высоких температурах. Ткань и/или войлок после их размещения также могут быть уплотнены, например, нитридом кремния.

При изготовлении нагревателя в качестве исходного гибкого углеродсодержащего материала можно использовать различные материалы, созданные на базе углерода: углеродную ткань типа «Урал», углеродное волокно, уплотненные различными веществами (например, пироуглеродом, карбидом кремния и т.д.), терморасширенный прокатанный графит и т.п.

Из уровня техники известно использование углеродной ткани и углеродного волокна, в том числе уплотненных пироуглеродом, в системах экранирования установок для выращивания монокристаллов. В предлагаемом изобретении исходный гибкий углеродсодержащий материал используется не для экранирования, а для изготовления из него нагревателя, а именно, в качестве электрического сопротивления нагрузки в замкнутой электрической сети, на котором происходит выделение энергии вследствие протекания через него электрического тока. В связи с этим решаются проблемы, связанные с работой нагревателя: снижение массы и расхода электроэнергии, снижение инерционности нагревателя и улучшение управления нагревом-охлаждением. По сравнению с известными техническими решениями, *устройство для вытягивания монокристаллов*, выполненное в соответствии с настоящим изобретением, обеспечивает достижение **положительного эффекта**, состоящего в повышении совершенства вытягиваемых монокристаллов при снижении расхода электроэнергии.

(iv) Описание фигур чертежей

На графических материалах изображено следующее.

На фигуре 1 изображен продольный разрез устройства для вытягивания монокристаллов, в котором электроэнергия подается на нагреватель через верхнюю и нижнюю пары колец, подсоединенных

непосредственно к токоподводам. Нагреватель окружен боковым и донным теплоизолирующими экранами.

На фигуре 2 представлен продольный разрез устройства, в котором электроэнергия подается на нагреватель через кольца, соединенные с боковым и донным экранами, выполняющими одновременно функцию токоподводов. Нагреватель содержит тонкостенный цилиндр с буртиком из нитрида кремния, который расположен вплотную к внутренним стенкам нагревателя.

На фигуре 3 представлен вариант устройства, в котором верхняя пара колец присоединена к боковому экрану, играющему роль токоподвода, а нижняя пара колец присоединена непосредственно к токоподводу. Донный экран в виде чаши, выполненный из нитрида кремния, расположен на дне камеры. Тигель и подставка выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое.

На фигуре 4 представлен вариант устройства, изображенного на фигуре 3, в котором дополнительно установлена система верхних экранов из нитрида кремния или из углеродного материала, например, графита, композита углерод-углерод.

На фигуре 5 представлен вариант устройства, изображенного на фигуре 4, в котором кольца представляют собой единую деталь с нагревателем.

(v) Примеры осуществления изобретения

Пример 1

Процесс проводят в вакуумной камере 1. При выращивании монокристалла кремния диаметром 150 мм, легированного бором, из поликристаллического кремния с содержанием углерода $3 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ и кислорода $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$, применяют устройство, представленное на фигуре 1. В последующих примерах применяют загрузку из такого

же материала. Используют кварцевый тигель 2 с внешним диаметром 356 мм, в подставке 3, установленной на штоке 4, при загрузке поликристаллического кремния 30 кг.

Нагреватель 5 изготавливается путем вязания из углеродного волокна цилиндра с толщиной стенки 0,6 мм (0,0006 м) с использованием графитовой оправки. Затем торцы цилиндра отгибают в горизонтальную плоскость и зажимают контактными кольцами 6,7,8,9. На внутреннюю поверхность цилиндра нагревателя 5 (после удаления оправки) наносят тонкий слой нитрида кремния. Операцию нанесения этого слоя осуществляют путем осаждения из газовой смеси $\text{SiCl}_4\text{-NH}_3\text{-H}_2$, при расходе реагентов: $1,17 \times 10^{-6}$, 10^{-6} и $1,3 \times 10^{-8}$ м³/с соответственно и температуре 1300⁰С. Подставку 3 и шток 4, экраны 10 и 11 изготавливают из графита и покрывают слоем нитрида кремния.

Удельная теплоемкость материала нагревателя составляет 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре 1600 °С, т.е. 1873 К), плотность материала нагревателя после вязки $\rho_{\text{исх.}} = 401,22$ кг/м³ [«Свойства конструкционных материалов на основе углерода». Справочник под редакцией Б.А.Соседова, М., Металлургия, 1975], то есть произведение $\delta \cdot \rho$ с равно 500 Дж/м² · К.

После установки кварцевого тигля 2 в подставку 3 и заполнения его загрузкой кремния и лигатурой бора, камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум 10⁻³ мм.рт.ст. и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет по токоподводу 13, затем по кольцам 7 и 8, нагревателю 5, после чего по кольцам 6, 9 и токоподводу 12 возвращается к источнику питания 14. Наибольшим сопротивлением в этой последовательной цепи обладает нагреватель 5, и на нем выделяется основная часть тепла. Нагрева-

тель 5 разогревается до рабочей температуры $\approx 1600^\circ\text{C}$. За счет передачи тепла излучением от нагревателя, разогревается и расплавляется загрузка кремния 16 (температура расплава $1412-1500^\circ\text{C}$). Затем в камеру подают аргон, поддерживая в камере давление 10-20 мм.рт.ст. , при одновременной постоянной откачке вакуумным насосом (на фигуре не показан). После этого в расплав опускают за-
5 травочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют
10 содержание углерода, которое составляет $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ , характеризующее инерционность нагревателя, определяют сразу после расплавления загрузки, как время от момента уменьшения мощности на 10% до момента, когда температура нагревателя перестанет изме-
15 няться. Измерения проводят с помощью пирометра, соединенного с самописцем. Время τ составляет 45 с по сравнению с 450 с у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 20 циклов вытягивания.

20 Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 20 % и составляет 125 квт.час/кг, по сравнению со 155 квт.час/кг у прототипа.

Пример 2

Вытягивание монокристалла производится с использованием
25 устройства, представленного на фигуре 2. Получают монокристалл кремния легированный бором, диаметром 150 мм из поликристаллического кремния с содержанием углерода $3 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$. Используют кварцевый тигель с внешним диаметром 356 мм при загрузке 30 кг.

Экраны 10 и 11 изготавливают из графита, они электрически изолированы от камеры 1. Нагреватель 5 изготавливают следующим образом: наматывают углеродную ткань типа «Урал» в два слоя на оправку из графита. После этого разрезают верхний торец цилиндра на лепестки, которые отгибают в горизонтальную плоскость, зажимают между кольцами 7 и 8 из углеродного материала (длина лепестков равна ширине колец 7 и 8), а нижний торец зажимают между кольцами 6 и 9. Затем сшивают вертикальный шов углеродной нитью. После удаления оправки нагреватель и теплоизолирующие экраны-токоподводы уплотняют пироуглеродом по известной методике в течение 10 часов, при температуре 1050 °С, давлении 28 мм.рт.ст. в потоке газа (метана) 10 см/с [Журнал «Цветные металлы», № 9, 1980 г., стр. 49-52]. Затем ткань нагревателя пропитывают эмульсией, содержащей этиловый спирт и мелкодисперсный порошок кремния, после чего производят отжиг в вакууме при температуре сначала 1300°С (3 часа), а затем 1500°С в течение 5 часов. При этом порошок кремния и углеродсодержащий материал нагревателя, взаимодействуя между собой, превращаются в карбид кремния. Толщина стенки нагревателя составляет 1,5 мм (0,0015 м).

Учитывая, что удельная теплоемкость материала нагревателя составляет 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре 1600 °С, т.е. 1873 К), исходная плотность материала нагревателя $\rho_{\text{исх.}} = 400 \text{ кг/м}^3$, а плотность после уплотнения $\rho = 800 \text{ кг/м}^3$, произведение $\delta \cdot \rho$ равно 2492 Дж/м². Экраны-токоподводы 10 и 11 из графита покрывают слоем нитрида кремния. Подставку 3 и шток 4 изготавливают из графита и также как экраны 10, 11 покрывают слоем нитрида кремния.

Затем внутрь нагревателя, вплотную к его внутренней поверхно-

сти, помещают тонкостенный цилиндр 18 из нитрида кремния (толщина стенки 1,0 мм) с буртиком 19. Этот цилиндр защищает нагреватель 5 и верхние контактные кольца 7 и 8 от химического взаимодействия с атмосферой камеры выращивания, содержащей пары SiO.

- 5 Цилиндр из нитрида кремния изготавливают по известной методике [Р.А.Андриевский, И.И.Спивак «Нитрид кремния и материалы на его основе», М., Металлургия», 1984 г. стр. 38-89], а затем уменьшают толщину его стенки на токарном станке.

- После установки кварцевого тигля 2 в подставке 3 и заполнения его загрузкой кремния и лигатурой бора, камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум (остаточное давление $1 \cdot 10^{-3}$ мм.рт.ст.) и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет через токоподвод 13 к донному экрану 11, выполняющему роль токоподвода, затем по кольцам 6 и 9 на нагреватель 5, кольца 7 и 8, экран-токоподвод 10, токоподвод 12, после чего опять к источнику питания 14. Наибольшим сопротивлением в этой последовательной цепи обладает нагреватель 5, и на нем выделяется основная часть тепла. Нагреватель 5 разогревается до рабочей температуры ≈ 1600 °С. За счет передачи тепла излучением от нагревателя, разогревается и расплавляется загрузка кремния 16 (температура расплава 1412 - 1500 °С). Затем в камеру подают аргон, поддерживая в камере давление 10-20 мм.рт.ст., при одновременной постоянной откачке вакуумным насосом (на фигуре не показан). После этого в расплав опускают затравочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют

содержание углерода в полученном кристалле, которое составляет здесь $4 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ , характеризующее инерционность нагревателя, определяют, как указано выше.

- 5 Время τ составляет 60 с, по сравнению с 450 с у прототипа. Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 200 циклов вытягивания.

- 10 Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 13 % и составляет 135 квт.час/кг, по сравнению со 155 квт.час/кг у прототипа.

Пример 3

- 15 При выращивании монокристалла кремния диаметром 150 мм из загрузки поликристаллического кремния массой 30 кг используют тигель 2 и подставку 3, изготовленные как одно целое из нитрида кремния с внешним диаметром 370 мм. Устройство содержит боковой экран-токоподвод 10 (фигура 3), к которому сверху прикреплено графитовое кольцо 8 и снизу подведен токоподвод 13. Токоподвод 12 соединен с нижней парой графитовых колец 6 и 9. Донный экран 11 не соединен с электрической цепью и расположен на дне камеры 1.
- 20 Цилиндрический нагреватель 5 изготавливают из терморасширенного прокатанного графита. Толщина стенки нагревателя равна 2 мм (0,002 м). Торцы цилиндра разрезают на лепестки, отгибают их и зажимают между контактными кольцами 7,8 и 6,9, соответственно. На внутреннюю и внешнюю поверхности нагревателя наносят тонкий
- 25 слой нитрида кремния. Экран 10 и шток 4 изготовлены из графита и покрыты слоем нитрида кремния. Экраны 10 и 11 имеет тепловую изоляцию 15 из ткани, изготовленной из кремнеземного волокна. Экран 11 изготовлен из нитрида кремния и представляет собой чашу,

которая служит как для тепловой изоляции, так и для предотвращения прямого взаимодействия расплава кремния с водяной рубашкой камеры 1 в случае аварийного пролива расплава 16 из тигля-подставки 2-3 при разрушении.

5 Удельная теплоемкость материала нагревателя составляет 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре ≈ 1600 °С, т.е. 1873 К), плотность материала нагревателя $\rho_{\text{исх.}} = 2000 \text{ кг/м}^3$, то есть произведение $\delta \cdot \rho \cdot c$ равно $8308 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}$. После заполнения тигля 2 загрузкой кремния (лигатурой бора в данном примере не добавляют), камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум 10^{-3} мм.рт.ст. и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет по токоподводу 12 на кольца 6,9, нагреватель 5, после чего по кольцам 7, 8 и экрану-токоподводу 10 через токоподвод 13 возвращается к источнику питания 14. Нагреватель 5 разогревается до рабочей температуры ≈ 1600 °С. За счет передачи тепла излучением от нагревателя разогревается и расплавляется загрузка кремния 16. После этого в расплав опускают затравочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

20 После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода и кислорода в полученном кристалле. Содержание углерода составляет здесь $5 \times 10^{-15} \text{ см}^{-3}$, а кислорода $8 \times 10^{-15} \text{ см}^{-3}$. Такое содержание кислорода позволяет использовать эти монокристаллы для их дальнейшего нейтронного легирования.

25 Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ составляет 50 с, по сравнению с 450 с у прототипа.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 10 % и составляет 140 квт.час/кг, по сравнению с 155 квт.час/кг у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение
5 150 циклов вытягивания.

Пример 4

Вытягивание монокристалла производят в устройстве, представленном на фигуре 4. Дополнительная система верхних экранов 20, 21, 22 изготовлена из нитрида кремния.

10 Выращивание кристалла проводят так же, как это описано в Примере 3.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода и кислорода в полученном кристалле. Содержа-
15 жание углерода составляет здесь $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$, а кислорода $8 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ составляет 50 с, по сравнению с 450 с у прототипа.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается
20 здесь на 20 % и составляет 125 квт.час/кг, по сравнению с 155 квт.час/кг у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 150 циклов вытягивания.

Пример 5

25 Вытягивание монокристалла производят в устройстве, представленном на фигуре 5, которое является вариантом устройства, показанного на фигуре 4. В отличие от него, здесь жесткие кольца 6 и 7 из углеродного материала, которыми закреплены торцы нагревателя,

представляют собой единую деталь с нагревателем. Изготавливается эта деталь следующим образом: на стальную цилиндрическую оправку наматывают цилиндрическое тело нагревателя. Намотку производят на станке, одновременно 10-150 взаимно переплетающимися в нескольких направлениях углеродными нитями, при одновременной пропитке их эпоксидной смолой. На обоих торцах тела нагревателя делают утолщения высотой 10 мм и толщиной 20 мм. После проведения операции отвердевания (отжиг при 200°C в течение 6 часов), эти утолщения на торцах обрабатывают на токарном станке, задавая им желаемые размеры. Цилиндрический экран-токоподвод изготавливают аналогично, из углеродной нити, путем намотки, пропитки смесью эпоксидной смолы с графитовой крошкой и последующего низкотемпературного (200°C) отжига. Толщина этого экран-токоподвода составляет 15 мм. На внутреннюю и внешнюю поверхность цилиндра нагревателя 5, после удаления оправки, наносят тонкий слой нитрида кремния. Верхний торец с кольцом 7 соединяют с экраном-токоподводом 10, а нижний торец с кольцом 6 соединяют с токоподводом 12. Затем все детали теплового узла покрывают слоем нитрида кремния, как это описано выше.

Удельная теплоемкость материала нагревателя составляет 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре 1600 °С, т.е. 1873 К), плотность материала нагревателя $\rho_{\text{исх.}} = 401,22 \text{ кг/м}^3$, толщина стенки нагревателя равна 0,6 мм (0,0006 м) то есть произведение $\delta \cdot \rho \cdot c$ равно 500 Дж/м² · К.

Выращивание кристалла проводят так же, как это описано в Примере 3.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют

содержание углерода и кислорода в полученном кристалле. Содержание углерода составляет здесь $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$, а кислорода $8 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ составляет
5 45с, по сравнению с 450с у прототипа.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 20 % и составляет 125 квт.час/кг, по сравнению с 155 квт.час/кг у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение
10 150 циклов вытягивания.

Лучший вариант осуществления изобретения

Возможность осуществления изобретения, охарактеризованного приведенной в формуле изобретения совокупностью признаков,
15 может быть подтверждена описанием следующего примера реализации лучшего из предполагаемых заявителем вариантов осуществления заявленного изобретения.

Устройство используют при выращивании монокристалла кремния диаметром 150 мм из загрузки поликристаллического кремния 30 кг. В камере 1 установки размещают тигель 2 с подставкой 3,
20 изготовленные как одно целое из нитрида кремния, с внешним диаметром 370 мм (фигура 5). Тигель - подставка 2-3 размещены на штоке 4, также изготовленном из нитрида кремния. Тигель- подставка 2-3 окружены нагревателем в виде цилиндра 5,
25 в котором жесткие кольца 6 и 7, которыми закреплены торцы нагревателя, представляют собой единую деталь с нагревателем. Изготавливается эта деталь следующим образом. На стальную цилиндрическую оправку в два слоя наматывают углеродную ткань типа «Урал-

22», пропитанную жидким углеродным связующим (например, эпоксидной смолой, бакелитовым лаком, крахмальным клейстером). Намотку производят на станке при натяжении ткани и подпрессовании оправки. На обоих торцах тела нагревателя делают утолщения при помощи дополнительной намотки 2-х полос ткани. После проведения операции отвердевания (отжиг при 200°C в течение 26 часов), эти утолщения на торцах обрабатывают на токарном станке, задавая им желаемые размеры. На внутреннюю и внешнюю поверхность цилиндра нагревателя 5 после удаления оправки наносят тонкий слой карбида кремния. Эту операцию осуществляют так. Наносят слой эмульсии из порошка кремния и этилового спирта на внутреннюю и внешнюю поверхности нагревателя (например, при помощи кисти или краскопульта). Затем просушивают в вытяжном шкафу при комнатной температуре. В дальнейшем проводят отжиг в атмосфере азота при температуре 1100 -1400 °C в течение 5 часов при давлении 0,5-1,2 атм, а затем при температуре 1600 °C и том же давлении.

Верхний торец с кольцом 7 соединяют с боковым экраном-токоподводом 10, а нижний торец с кольцом 6 – с токоподводом 12. Цилиндрический экран-токоподвод 10 изготавливают аналогично из углеродной ткани, путем намотки и пропитки с последующей операцией отвердевания. Затем все детали теплового узла покрывают слоем карбида кремния.

Удельная теплоемкость материала нагревателя составляет 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре 1600 °C, т.е. 1873 К), плотность исходного материала нагревателя $\rho_{\text{исх.}} = 400,00 \text{ кг/м}^3$, а после операции отвердевания - $800,00 \text{ кг/м}^3$ толщина стенки нагревателя равна 1,5 мм (0,00015 м), то есть произведение $\delta \cdot \rho$ с равно $2492 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}$.

На дне камеры 1 расположен донный экран 11, который не соединен с электрической цепью. Экран 11 изготовлен из композиционного материала углерод-карбид кремния, и представляет собой чашу, которая служит как для тепловой изоляции, так и для предотвращения прямого взаимодействия расплава кремния с водяной рубашкой камеры 1 в случае аварийного пролива расплава 16 из тигля-подставки 2-3 при разрушении этой детали. Экраны 10 и 11 имеют тепловую изоляцию 15 из ткани, изготовленной из кремнеземного волокна.

В верхней части устройства установлена система верхних экранов, состоящая из цилиндрического экрана 20 и плоского горизонтального экрана 21. Эта экранировка позволяет снизить тепловые потери. Кроме того, установлен цилиндрический экран 22, который дополнительно экранирует растущий монокристалл от нагревателя, что позволяет получить в нем больший градиент температуры и увеличить скорость выращивания. Система дополнительных верхних экранов изготовлена из нитрида кремния.

После заполнения тигля-подставки 2-3 загрузкой кремния камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум 10^{-3} мм.рт.ст., и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет по токоподводу 12 на кольцо 6, нагреватель 5, после чего по кольцу 7 и экрану-токоподводу 10 через токоподвод 13 возвращается к источнику питания 14. Нагреватель 5 разогревается до рабочей температуры ≈ 1600 °С. За счет передачи тепла излучением от нагревателя разогревается и расплавляется загрузка кремния 16. После этого в расплав опускают затравочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода и кислорода в полученном кристалле. Содержание углерода составляет здесь $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$, а кислорода $8 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$. Такое содержание кислорода позволяет использовать эти монокристаллы для их дальнейшего нейтронного легирования.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ составляет 45 с, по сравнению с 450 с у прототипа.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 20 % и составляет 125 квт.час/кг, по сравнению с 155 квт.час/кг у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 150 циклов вытягивания.

15 (vi) Промышленная применимость

Из приведенных выше примеров реализации изобретения очевидно каким образом *устройство для вытягивания монокристаллов* может быть изготовлено и использовано.

20

25

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Устройство для вытягивания монокристаллов, содержащее тигель с подставкой, нагреватель и, по меньшей мере, один тепло-
5 изолирующий экран, отличающееся тем, что нагреватель выполнен из исходного гибкого углеродсодержащего материала в виде цилиндра, торцы которого закреплены между коаксиально расположенными жесткими кольцами из углеродного материала, подсоединенными к источнику тока, причем нагреватель выполнен с толщиной стенки,
10 определяемой из соотношения:

$$\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}, \text{ где:}$$

δ - толщина стенки нагревателя, м;

ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м³;

- 15 c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), Дж/кг.К.

2. Устройство по п.1, отличающееся тем, что кольца из углеродного материала подсоединены к источнику тока через теплоизолирующие экраны.

- 20 3. Устройство по п.1 или п.2, отличающееся тем, что на поверхности нагревателя с внутренней и/или с внешней стороны расположен слой нитрида кремния.

4. Устройство по любому из п.п.1-3, отличающееся тем, что тигель или подставка выполнены из нитрида кремния.

- 25 5. Устройство по любому из п.п.1-3, отличающееся тем, что тигель и подставка выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое.

6. Устройство по любому из п.п.1-5, отличающееся тем, что углеродсодержащий материал нагревателя дополнительно уплотнен пироуглеродом и/или карбидом кремния.

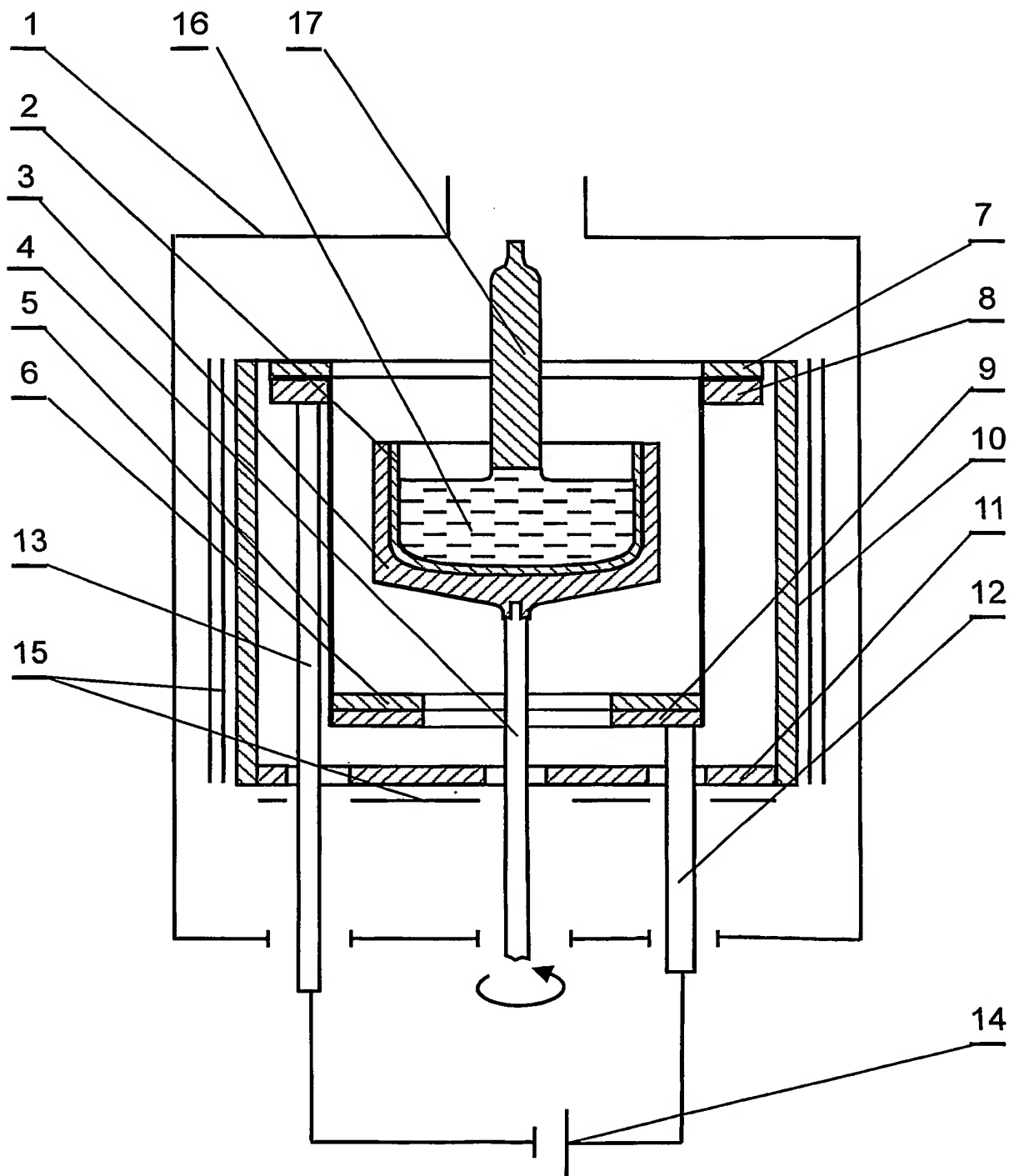
5 7. Устройство по любому из п.п.1-6, отличающееся тем, что дополнительно содержит теплоизолятор из ткани и/или войлока, изготовленных из кремнеземного или кварцевого волокна.

10

15

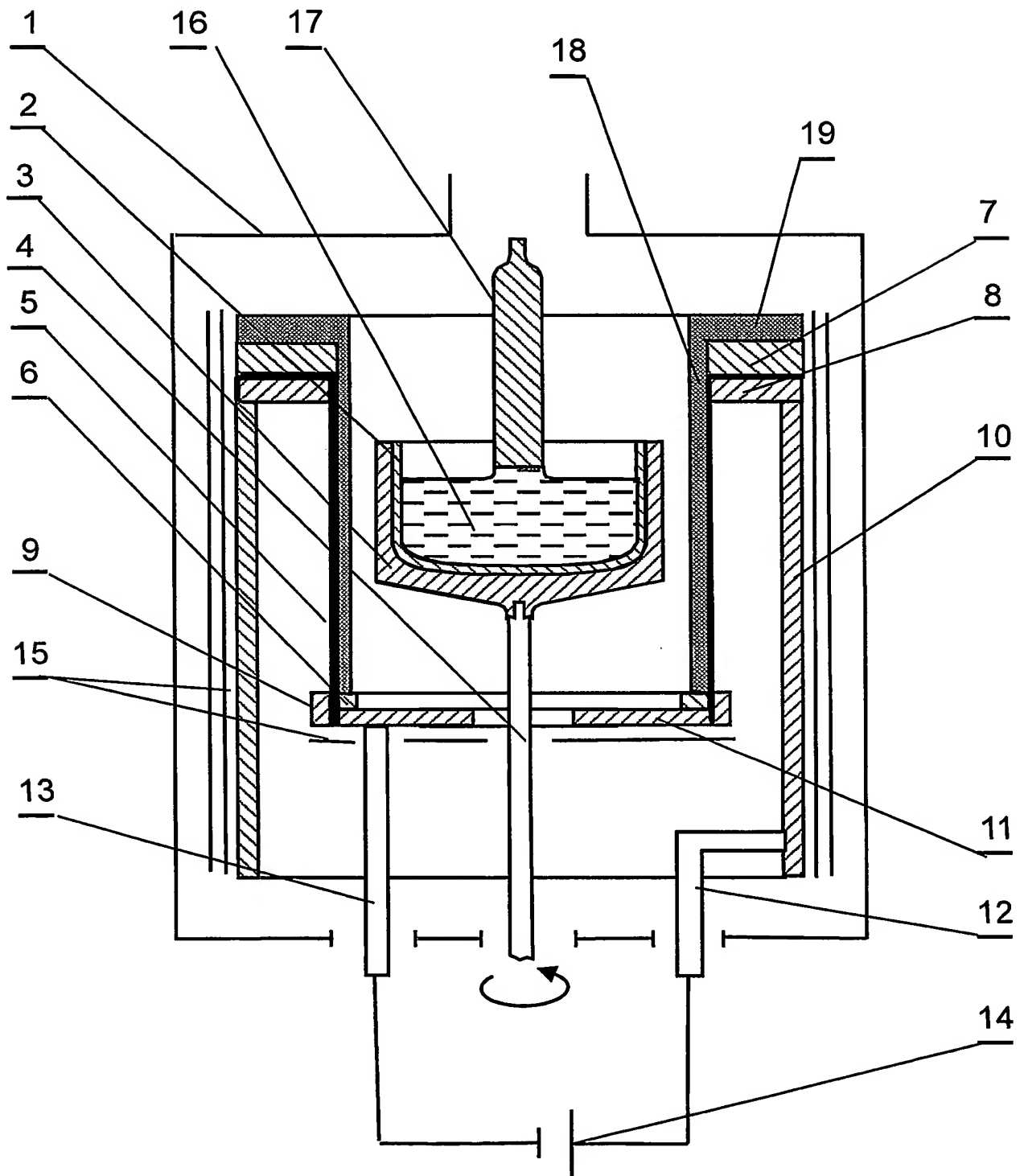
20

25



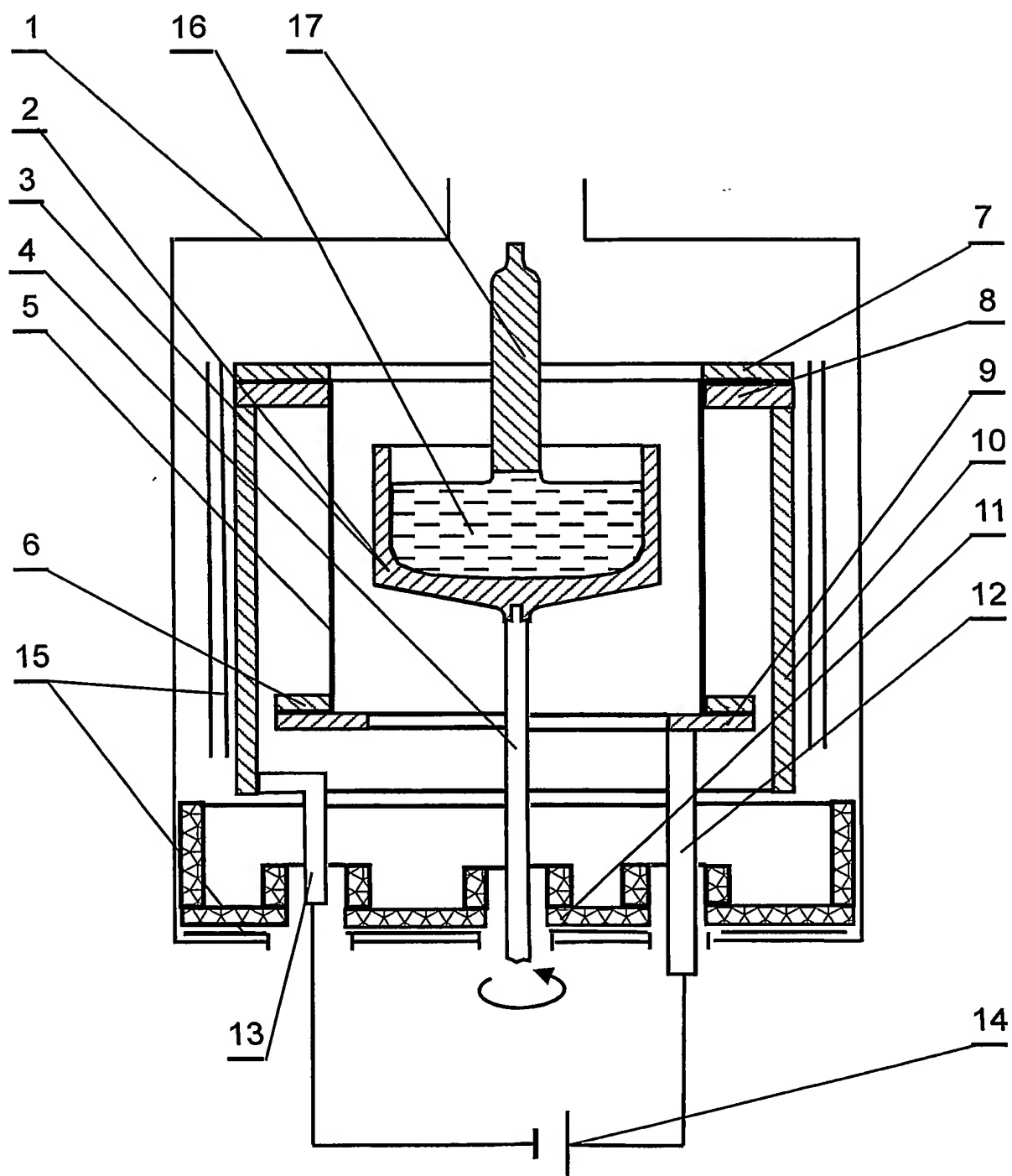
Фиг. 1

2/5



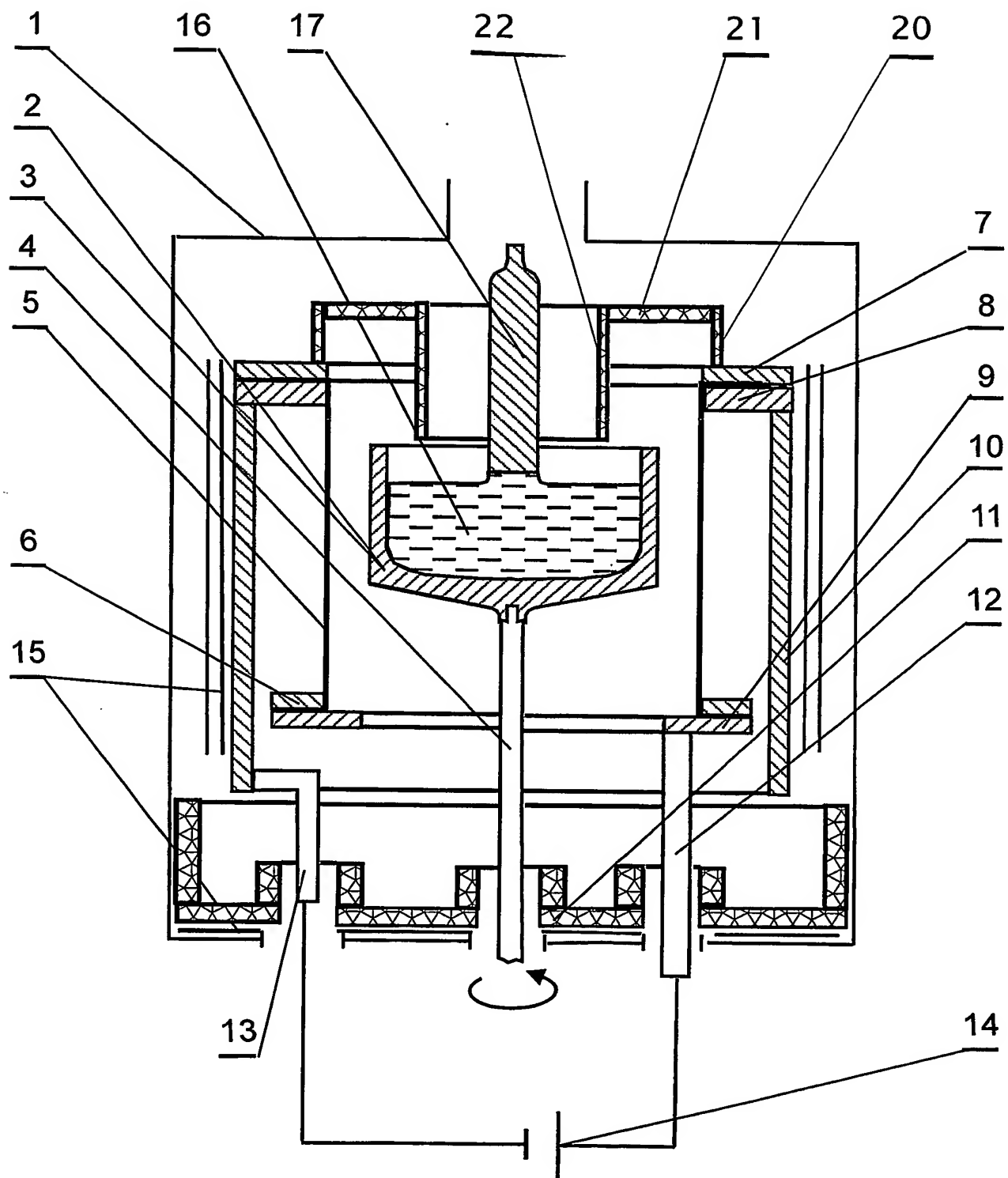
Фиг. 2

3/5



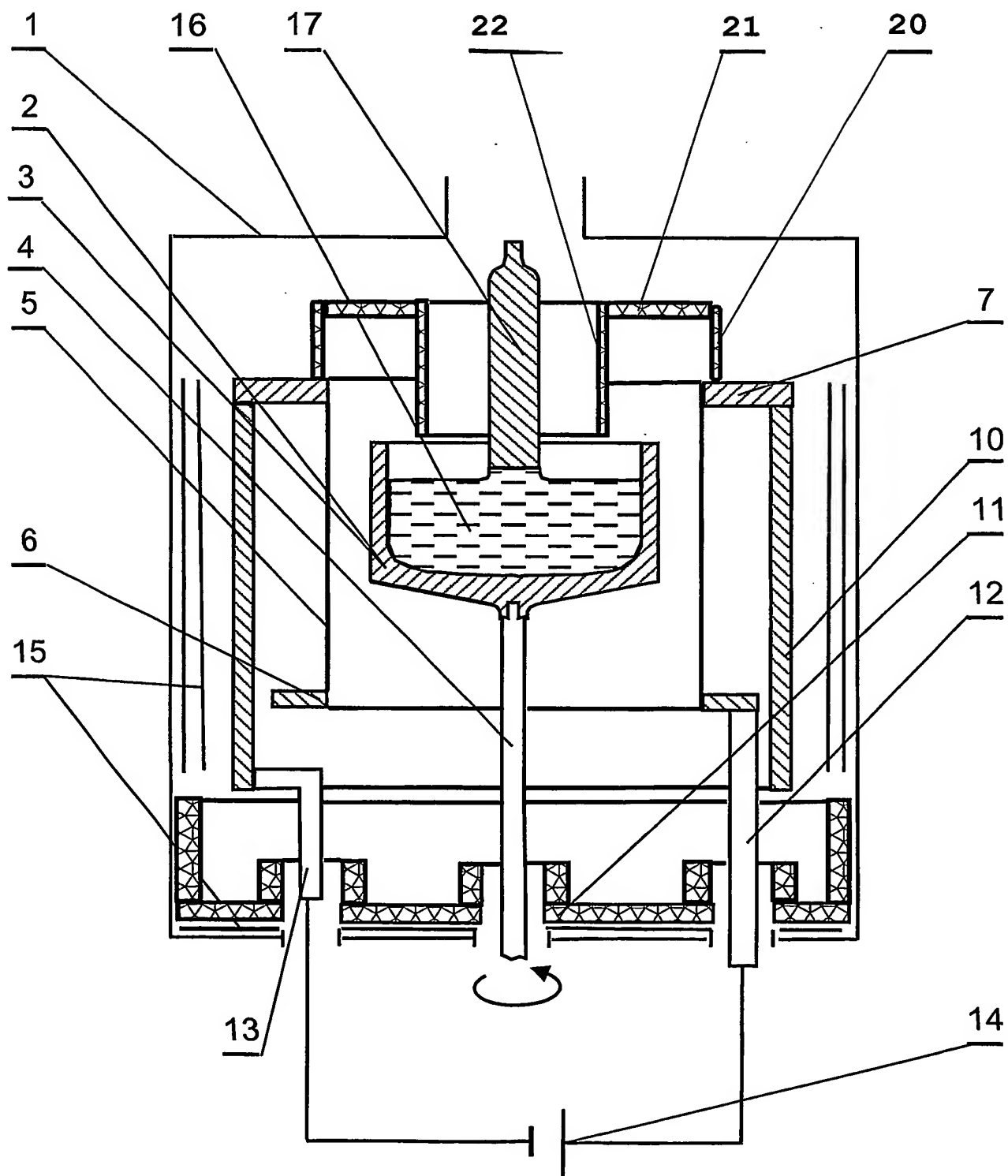
Фиг. 3

4/5



Фиг. 4

5/5



Фиг. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 03/00116

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C30B 15/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B 15/00, 15/14, H05B 3/34, 3/74, C04B 41/85

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| A | JP 10-291896 A (TOYO TANSO KK) 04.11.1998, the abstract | 1-7 |
| A | RU 21 19729 C1 (ERMILOV ARTUR NIKOLAEVICH) 27.09.1998, the abstract | 1-7 |
| A | JP 61-044794 A (HITACHI LTD) 04.03.1986, the abstract | 1-7 |
| A | SU 887630 A (GOSUDARSTVENNY NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKY I PROEKTNY INSTITUT REDKOMETALLICHESKOI PROMYSHLENNOSTI et al) 07.12.1981 | 1-7 |
| A | RU 2049761 C1 (NAUMENKO V. A. et al) 10.12.1995, the abstract | 1-7 |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

(22.05.2003)

Date of mailing of the international search report

(19.06.2003)

Name and mailing address of the ISA/ RU

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №
PCT/RU 03/00116

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

C30B 15/14

Согласно международной патентной классификации (МПК-7)

В. ОБЛАСТИ ПОИСКА:

Проверенный минимум документации (система классификации и индексы) МПК-7:

C30B 15/00, 15/14, H05B 3/34, 3/74, C04B 41/85

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки:

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, поисковые термины):

С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:

| Категория* | Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей | Относится к пункту № |
|------------|--|----------------------|
| A | JP 10-291896 A (TOYO TANSO KK) 04.11.1998, реферат | 1-7 |
| A | RU 2119729 C1 (ЕРМИЛОВ АРТУР НИКОЛАЕВИЧ) 27.09.1998, реферат | 1-7 |
| A | JP 61-044794 A (HITACHI LTD) 04.03.1986, реферат | 1-7 |
| A | SU 887630 A (ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ и др.) 07.12.1981 | 1-7 |
| A | RU 2049761 C1 (НАУМЕНКО В.А. и др.) 10.12.1995, реферат | 1-7 |

☐ последующие документы указаны в продолжении графы С.

☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

A документ, определяющий общий уровень техники

E более ранний документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее

O документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

P документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета и т.д.

T более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

X документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну и изобретательский уровень

Y документ, порочащий изобретательский уровень в сочетании с одним или несколькими документами той же категории

& документ, являющийся патентом-аналогом

Дата действительного завершения международного поиска: 22 мая 2003 (22.05.2003)

Дата отправки настоящего отчета о международном поиске: 19 июня 2003 (19.06.2003)

Наименование и адрес Международного поискового органа
Федеральный институт промышленной собственности

РФ, 123995, Москва, Г-59, ГСП-5, Бережковская наб., 30,1 Факс: 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА

Уполномоченное лицо:

Е. Писарева

Телефон № 240-25-91

Форма PCT/ISA/210 (второй лист)(июль 1998)